

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK  
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHEIFFT 132 340

Wirtschaftspatent

Ertellt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(11) 132 340

(44) 20.09.78

Int. Cl.<sup>2</sup>

2(51) C 07 C 118/02

(21) WP C 07 c / 188 672

(22) 23.09.75

(71) siehe (72)

(72) Iben, Hans, Dr. Dipl.-Ing.; Kattanek, Siegfried, Prof. Dr. Dipl.-Ing.; Backhaus, Lothar, Dipl.-Ing.; Welschinger, Gerd, Dipl.-Ing.; Gansera, Benno, Dipl.-Ing.; Löschau, Siegfried, Dr. Dipl.-Chem.; Meyer, Albert, Dr., DD

(73) siehe (72)

(74) VEB Synthesewerk Schwarzheide, Abt. Patente/Lizenzen, 7817 Schwarzheide

(54) Verfahren zur Phosgenierung von Aminen zu Mono-, Di- und Polyisocyanaten

BEST AVAILABLE COPY



DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK  
AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

PATENTSCHRIFT 132 340

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.<sup>2</sup>

2(51) C 07 C 118/02

(11) 132 340

(44) 20.09.78

(21) WP C 07 c / 188 672

(22) 23.09.75

ur PS Nr. **132.340**.....

st eine Zeitschrift erschienen.

Teilweise ~~angetragen~~ <sup>bestätigt</sup> gem. § 6 Abs. 1 d. Änd. Ges. z. Pat. Ges.).

(71) siehe (72)

(72) Iken, Hans, Dr. Dipl.-Ing.; Kattanek, Siegfried, Prof. Dr. Dipl.-Ing.; Backhaus, Lothar, Dipl.-Ing.; Welschinger, Gerd, Dipl.-Ing.; Gansera, Benno, Dipl.-Ing.; Löschau, Siegfried, Dr. Dipl.-Chem.; Meyer, Albert, Dr., DD

(73) siehe (72)

(74) VEB Synthesewerk Schwarzheide, Abt. Patente/Lizenzen, 7817 Schwarzheide

(54) Verfahren zur Phosgenierung von Aminen zu Mono-, Di- und Polyisocyanaten

Das Verfahren betrifft die Phosgenierung von Aminen zu Mono-, Di- und Polyisocyanaten unter Druck und erhöhter Temperatur in Anwesenheit eines einheitlichen Lösungsmittels für Amin und Phosgen.

Es ist bekannt, die Phosgenierung von Aminen zu Mono-, Di- und Polyisocyanaten mittels zweistufiger Phosgenierung und zwar kalt- und heißstufig vorzunehmen. Weiterhin ist die Heißphosgenierung in Reaktoren bzw. Kaskaden bekannt.

Nachteilig hierbei ist, daß bei diesen Verfahren unter sehr hohem Phosgenüberschuß und geringer Aminkonzentration gefahren werden muß, um die Reaktion überhaupt so ablaufen zu lassen, daß eine ausreichende Phosgenierung erfolgt und die Bildung von Nebenprodukten, beispielsweise Harnstoff, unterbunden wird.

Die Reaktoren haben eine begrenzte Laufzeit von nur einigen Stunden bis zu drei Tagen, da unerwünschte Nebenprodukte entstehen, die die Anlage zusetzen.

Es ist ein sehr hoher technischer Aufwand notwendig, um die Stillstandszeiten der Produktion durch Fahren auf Parallelanlagen zu überbrücken.

Polyisocyanate können bekannterweise dadurch hergestellt werden, daß Amin und Monochlorbenzol gemischt mit Phosgen, welches ebenfalls mit Monochlorbenzol gemischt ist, mit Hilfe einer Düse vermischt und zur Reaktion gebracht wird. Der Amin-Monochlorbenzolstrom trifft dabei rechtwinklig auf den Phosgen-Monochlorbenzolstrom. Die Reaktion verläuft bei einer Temperatur von ca. 150 °C und 30 at. Die Verweilzeit im Reaktor nach der Düse beträgt ca. 30 s. Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß bei Konzentrationsschwankungen und bei Mengenschwankungen keine einwandfreie Phosgenierung erfolgt. Die gebildeten Nebenprodukte führen hierbei zum Versetzen der Anlage und zwangsläufig zu Stillständen. Das Verfahren ist auf einen bestimmten Durchsatz festgelegt und nicht in den erforderlichen Breiten variierbar. Weiterhin ist nachteilig, daß der Verschleiß sehr hoch ist. Bei der bekannten Fahrweise beträgt der Druckverlust ca. 10 kp/cm<sup>2</sup>.

Zweck der Erfindung ist es, die dem Stand der Technik anhaftenden Mängel weitgehendst zu beseitigen, um ein ökonomisch günstigeres Ergebnis zu erreichen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, durch das die Laufzeit der Anlage verlängert wird und Konzentrations- und Mengenschwankungen sich nicht störend auswirken. Der Verschleiß der Anlage ist herabzusetzen. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Phosgenierung in mehreren parallelen Teilströmen durchgeführt wird, d.h., daß ein Teil des Monochlorbenzol-Phosgengemisches zentral geführt wird und um diesen zentralen Strom das Amin-Monochlorbenzolgemisch liegt bzw. geführt wird, welches wiederum von einem Phosgen-Monochlorbenzolgemisch eingeschlossen ist. Außerdem werden durch entsprechende Dralleinrichtungen das Amin-Monochlorbenzolgemisch und/oder das Phosgen-Monochlorbenzolgemisch vor Eintritt in den Reaktor in eine rotierende Bewegung versetzt. Um eine für die Reaktion möglichst große Phasenkontaktfläche zu erreichen, wird die Schichtdicke des Amin-Monochlorbenzolgemisches extrem klein gegenüber der Schichtdicke des Phosgen-Monochlorbenzolgemisches gehalten. Der Effekt der günstigeren Vermischung des Amin-Monochlorbenzolgemisches mit dem Phosgen-Monochlorbenzolgemisch wird u.a. durch die Wahl einer wesentlich größeren Relativgeschwindigkeit zwischen dem Amin-Monochlorbenzolgemisch und dem Phosgen-Monochlorbenzolgemisch erreicht.

Das Reaktionsgemisch wird durch eine Mischstrecke geführt und gelangt über einen Diffusor in einen Reaktor. Der Durchmesser der Mischstrecke beträgt ca. 50% des Durchmessers des Reaktors. Dadurch werden Ablöseerscheinungen des im Überschuß gefahrenen Monochlorbenzol-Phosgengemisches von der Randzone vermieden. Die Phosgenierung erfolgt zweckmäßigerweise bei Temperaturen bis 190 °C und einem Druck bis 60 at. Das Verfahren wird im vertikal oder horizontal ausgeführten Reaktor durchgeführt. Vorteilhaft bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist, daß der Druckverlust gegenüber dem bekannten Verfahren nur zwischen 1 und 5 kp/cm<sup>2</sup> liegt. Durch dieses Verfahren ist es möglich,

den Durchsatz in den nachgeschalteten Anlagen um ca. 50% gegenüber bekannten Anlagen zu erhöhen, bedingt durch die Möglichkeit der Erhöhung der Aminkonzentration bei der erfindungsgemäßen Fahrweise. Die Bildung von Nebenprodukten wird weitestgehend unterdrückt. Dadurch ergibt sich eine Erhöhung der Laufzeit der Anlage. Weiterhin ist vorteilhaft, daß Konzentrations- und Mengenschwankungen auf Grund der Parallelströme in einem großen Bereich variierbar sind. Der Verschleiß der Aggregate ist gering. Die Verweilzeit im Reaktor beträgt nur ein Drittel der bei bekannten Verfahren. Die Größe des Reaktors kann aus diesem Grunde wesentlich kleiner gehalten werden als bei den bekannten Verfahren. Die Erfindung soll nachstehend an einem Beispiel näher erläutert werden.

2,5 m<sup>3</sup>/h Polyamin-Monochlorbenzolgemisch (32% Polyamin und 68% Monochlorbenzol) werden auf 150 °C aufgeheizt und ringförmig eingespeist in den Phosgenierungsreaktor. Vor Eintritt in den Reaktor wird das Polyamin-Monochlorbenzolgemisch durch eine entsprechende Dralleinrichtung in eine rotierende Bewegung versetzt. In und um diesen Polyamin-Monochlorbenzolingstrom wird als Reaktionspartner ein auf 150 °C aufgeheiztes Phosgen-Monochlorbenzolgemisch (65% Phosgen und 35% Monochlorbenzol) geführt. Der innere Teilstrom des Phosgen-Monochlorbenzolgemisches beträgt dabei ca. 2,5 m<sup>3</sup>/h und der äußere Teilstrom ca. 5,5 m<sup>3</sup>/h. Die Relativgeschwindigkeit zwischen beiden Reaktionspartnern Polyamin und Phosgen beträgt ca. 15 m/s. Durch dieses Verfahren wird die Phasenkontakfläche zwischen den beiden Reaktionspartnern Polyamin und Phosgen stark vergrößert.

Dadurch verläuft die Phosgenierungsreaktion schneller und der Anfall an unerwünschten Nebenprodukten, beispielsweise Polyharnstoffen, wird verringert.

Durch diese Verringerung der Bildung von Nebenprodukten erhöht sich die Laufzeit des Reaktionsrohres, da sich diese unerwünschten Nebenprodukte an den Wandungen des Reaktionsrohres absetzen und zum Zuwachsen desselben führen. Dieses

schnelle Zuwachsen des Reaktionsrohres nach den herkömmlichen Verfahren wurde durch das erfindungsgemäße Verfahren derart herabgesetzt, daß sich die Laufzeit des Reaktionsrohres gegenüber früher von einigen Stunden bis zu 3 Tagen auf 6 Tage erhöhte.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Phosgenierung von Aminen zu Mono-, Di- und Polyisocyanaten unter Druck und erhöhter Temperatur in Anwesenheit eines einheitlichen Lösungsmittels, dadurch gekennzeichnet, daß ein Amin-Monochlorbenzolgemisch und ein Phosgenmonochlorbenzolgemisch in mehrere Teilströme aufgeteilt parallel einem Reaktor zugeführt werden, wobei ein Teil des Phosgenmonochlorbenzolgemisches zentral und um diesen zentralen Strom das Amin-Monochlorbenzolgemisch geführt wird, das wiederum von einem Phosgenmonochlorbenzolgemisch eingeschlossen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Amin-Monochlorbenzolgemisch oder das Phosgen-Monochlorbenzolgemisch in den Reaktor in eine rotierende Bewegung versetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Amin-Monochlorbenzolgemisch und das Phosgen-Monochlorgemisch vor Eintritt in den Reaktor in gegenläufig rotierende Bewegungen versetzt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Schichtdicke des Amins wesentlich kleiner als die des Phosgens, vorzugsweise im Verhältnis 1 : 10 gewählt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß vor Eintritt in den Reaktor die Relativgeschwindigkeit der Reaktionspartner vorzugsweise im Verhältnis 1 : 8 gewählt wird.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☒ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**